

## ⑫ 公開特許公報(A)

平1-299618

⑤Int. Cl.<sup>4</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑬公開 平成1年(1989)12月4日  
 B 01 D 33/06 B-7112-4D  
 9/02 A-6525-4D  
 33/36 7112-4D  
 // C 07 C 51/43  
 63/26 J-7419-4H審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑭発明の名称 スラリーから結晶を回収する方法

⑮特 願 昭63-129540

⑯出 願 昭63(1988)5月27日

⑰発 明 者 上 田 雅 則 山口県玖珂郡和木町和木6丁目1番2号 三井石油化学工業株式会社内

⑱出 願 人 三井石油化学工業株式会社 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号

⑲代 理 人 弁理士 柳 原 成

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

スラリーから結晶を回収する方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) ロータリバキュームフィルタにスラリーを供給して、円筒状の濾材を回転させて吸引濾過、洗浄、吸引濾過を行い、スラリーから結晶を回収する方法において、ロータリバキュームフィルタの濾過液が過飽和とならない温度、圧力を維持するように、スラリー側を加圧して吸引濾過を行うことを特徴とするスラリーから結晶を回収する方法。

## 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明はテレフタル酸等の結晶を含むスラリーから結晶を回収する方法に関するものである。  
 〔従来の技術〕

パラジアルキルベンゼンの液相酸化によってテレフタル酸を製造する場合、生成するテレフタル酸は母液中に結晶となって析出し、テレフタル酸

の結晶を含むスラリーが生成する。このようなスラリーから結晶を回収すると、粗テレフタル酸が得られる。またこうして得られる粗テレフタル酸を溶解し、酸化処理、還元処理等の精製工程を経てテレフタル酸を析出させると、結晶を含むスラリーが得られる。このようなスラリーから結晶を回収すると、精製テレフタル酸が得られる。

上記いずれの場合も、スラリーから結晶を回収する場合、従来はフィルタまたは遠心分離機で濾過した後、結晶を洗浄液にリスラリーして洗浄し、さらに遠心分離機で濾過しており、必要によりこれを何段も繰り返していた。しかしながら、このような方法では工程が複雑で装置が大型化するという問題点がある。

このためこれに代る方法として、ロータリバキュームフィルタ(以下、RVFという)により吸引濾過、洗浄、吸引濾過を一度に行う方法が採用されるようになった。この方法は円筒状の濾材(濾布)を回転させながら吸引濾過、洗浄、吸引濾過、剥離を順次行うもので、濾材外側が常圧であり、濾

材内側を吸引することにより濾過圧力を得る。しかしながら、このような方法では、濾材の目詰まりが激しく、運転ができなくなるという問題点がある。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明の目的は、上記問題点を解決するため、RVFを使用して、濾材の目詰まりを起こすことなく、結晶を濾過、洗浄、濾過して回収することが可能なスラリーから結晶を回収する方法を提案することである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、ロータリバキュームフィルタにスラリーを供給して、円筒状の濾材を回転させて吸引濾過、洗浄、吸引濾過を行い、スラリーから結晶を回収する方法において、ロータリバキュームフィルタの濾過液が過飽和とならない温度、圧力を維持するように、スラリー側を加圧して吸引濾過を行うことを特徴とするスラリーから結晶を回収する方法である。

RVFにより結晶を回収する際、濾材の目詰まり

は剥離域15となっており、その内側には窒素ガス等のブロー用ガスを供給するガス供給部16が形成されている。17はスラリー供給部、18はスラリー循環部、19はケーキ取出部、20は圧力調整用ガス供給部である。

21はスラリー貯槽で、ポンプ22によりスラリー4をRVF 1のスラリー供給部17に供給し、スラリー循環部18から循環させるようになっている。23はスラリー貯槽21の液面を一定に保つように開閉する弁、24はスラリー循環部18の液面を一定にするように開閉する弁、25はスラリー貯槽21の圧力を一定に保つように開閉してガスを排出する弁、26はコンデンサ、27はスラリー補給部である。

28は洗浄排液槽で、集液部13から洗浄排液を受入れて、ポンプ29により系外に排出するようになっている。30は洗浄排液槽28の液面を一定にするように開閉する弁である。31は濾過液槽で、吸引部8から吸引される濾過液6およびガス7を受入れて、ポンプ32により濾過液6を排出するようになっている。33は濾過液槽31の液面を一定にする

が起こる原因を調べた結果、吸引によりスラリーの温度が低下し、母液が過飽和となって溶質が析出し、あるいは高粘度化するためであることがわかった。そこで本発明では母液が過飽和とならないように加圧状態で吸引濾過を行う。

以下、本発明の方法を図面により具体的に説明する。第1図は本発明の好ましい実施態様を示す系概図、第2図はRVFの断面図である。

図において、1はRVFで、ケーシング2内に横型円筒状の濾材3が回転可能に設けられている。濾材3の下部はケーシング2下部に貯留されたスラリー4に浸って濾過域5となっており、その内側には濾過液6およびガス7を吸引する吸引部8が形成されている。濾材3の上部に対向してケーキ9を洗浄する洗浄液管10が設けられ、これに対応して濾材3は洗浄域11、およびその前方が脱液域12となっており、その内側には洗浄液を集める集液部13が形成されている。濾材3のさらに前方内側には、ケーキ9を剥離するブロー部14およびシール部14aが設けられ、これに対応して濾材3

ように開閉する弁である。

洗浄排液槽28および濾過液槽31のガスは、コンデンサ34で凝縮させ、ドレンセパレータ35でドレンを分離して、分離液を濾過液槽31に戻した後、圧縮機36で加圧し、圧力調整用ガスとして圧力調整用ガス供給部20に供給するようになっている。37は圧力調整用ガスを一定圧に保つように開閉する弁である。38は乾燥機で、ケーキ取出部19からシャッタ39、40を経て取出されるケーキ9を乾燥し、結晶(製品)として取出すようになっている。

結晶の回収方法は、スラリー貯槽21に貯留されたスラリー4をポンプ22でRVF 1の底部に供給し、濾材3を回転しながら、順次吸引濾過、洗浄、吸引脱液、剥離を行う。このときRVF 1に圧力調整用ガス供給部20から圧力調整用ガスを供給してスラリー4側を加圧し、濾過液6が過飽和とならない温度、圧力に維持するとともに、吸引部8から濾過液6およびガス7を吸引し、濾過域5において吸引濾過を行う。このときのスラリー側の圧力は、上記の濾過液側の圧力に濾過圧を加えた圧力

である。これにより吸引濾過が行われ、スラリー4中の結晶は濾材3に捕捉されてケーキ9となって上昇し、スラリー4の一部はスラリー循環部18からスラリー貯槽21に循環する。

ケーキ9は洗浄域11において、洗浄液管10から吹付けられる洗浄液によって洗浄され、脱液域12において洗浄液を除去されて下降する。剥離域15ではガス供給部16にブロー用ガスを供給してブロー部14から吹付け、ケーキ9を剥離する。

吸引部8から吸引された濾過液6およびガス7は濾過液槽31に入り、濾過液6はポンプ32により排出する。また集液部13から取出される洗浄排液は洗浄排液槽28からポンプ29により排出する。

洗浄排液槽28および濾過液槽31のガスは、コンデンサ34で凝縮させ、ドレンセパレータ35でドレンを分離して、圧縮機36で加圧し、圧力調整用ガスとして圧力調整用ガス供給部20に供給し、RVF 1のスラリー4側を加圧する。

このように圧力調整用ガスによりRVF 1のスラリー4側を加圧することにより、吸引部8から吸

引しても、濾過液6が過飽和とならない温度、圧力に維持すると、スラリー4および濾過液6のいずれも過飽和にはならないから濾材3その他の場所への結晶の析出あるいは高粘度化はなく、目詰まりの問題は解決される。この場合母液中に含まれる不純物のみならず、回収する結晶と同成分の溶質の析出をも阻止するように圧力を調整することが必要である。このとき濾過液側は大気圧より高くなる場合があるが、その場合でもスラリー側と濾過液側の圧力差により吸引濾過が行われる。

RVF 1からの放熱により温度が下がり、析出量が多い時は機器を保温し、また必要により熱交換器等により温度を保持するのが好ましい。

剥離域15において剥離されたケーキ9はケーキ取出部19からシャッタ39、40を経て取出され、乾燥機38で乾燥されて、結晶(製品)として回収される。

本発明は前記粗テレフタル酸および精製テレフタル酸の結晶を回収する場合に適しているが、このほかにハイドロキノン、レゾルシンなど、一般

の結晶をスラリーから回収する場合に適用可能である。

#### 〔発明の効果〕

本発明によれば、濾過液が過飽和とならない温度、気圧を維持するように、スラリー側を加圧してRVFにより吸引濾過するようにしたため、母液側からの結晶の析出あるいは高粘度化による濾材の目詰まりは防止され、スラリーから効率よく、長期にわたって結晶を回収することができる。

#### 〔実施例〕

以下、本発明の実施例について説明する。

#### 実施例1

テレフタル酸の製造工程から得られるテレフタル酸/酢酸スラリー(テレフタル酸40重量%、120℃)を図面の方法により処理し、粗テレフタル酸を回収した。このときRVFのスラリー側を1.5kg/cm<sup>2</sup>A、120℃、濾過液側を1kg/cm<sup>2</sup>A、120℃に保持して吸引濾過したところ、目詰まりするまでの時間は50時間であった。

#### 比較例1

実施例1において、RVF 1のスラリー側を大気圧120℃、濾過液側を-400mmHg、100℃で吸引濾過したところ、目詰まりするまでの時間は1~5分間であった。

#### 実施例2

実施例1のスラリーを従来法により1回だけ遠心分離してリスラリーしたスラリー(テレフタル酸50重量%、100℃)を同様に処理した。このときRVFのスラリー側を1.0kg/cm<sup>2</sup>A、110℃、濾過液側を0.5kg/cm<sup>2</sup>A、110℃に保持したところ、目詰まりまでの時間は100時間であった。

#### 比較例2

実施例2において、スラリー側を大気圧110℃、濾過液側を-400mmHg、90℃としたところ、目詰まりまでの時間は5時間であった。

#### 実施例3

実施例1で回収した粗テレフタル酸を酸化、還元処理により精製したテレフタル酸/水スラリー(テレフタル酸濃度40重量%、150℃)を同様に処理して精製テレフタル酸を回収した。このとき

RVFのスラリー側を  $5.5\text{kg/cm}^2$ 、 $150^\circ\text{C}$ 、濾過液側を  $5.0\text{kg/cm}^2$ 、 $150^\circ\text{C}$  に保持したところ、目詰まりまでの時間は250時間であった。

#### 比較例3

実施例3において、スラリー側を大気圧、 $100^\circ\text{C}$ 、濾過液側を  $-400\text{mmHg}$ 、 $80^\circ\text{C}$  にしたところ、目詰まりまでの時間は50分間であった。

#### 4. 図面の簡単な説明

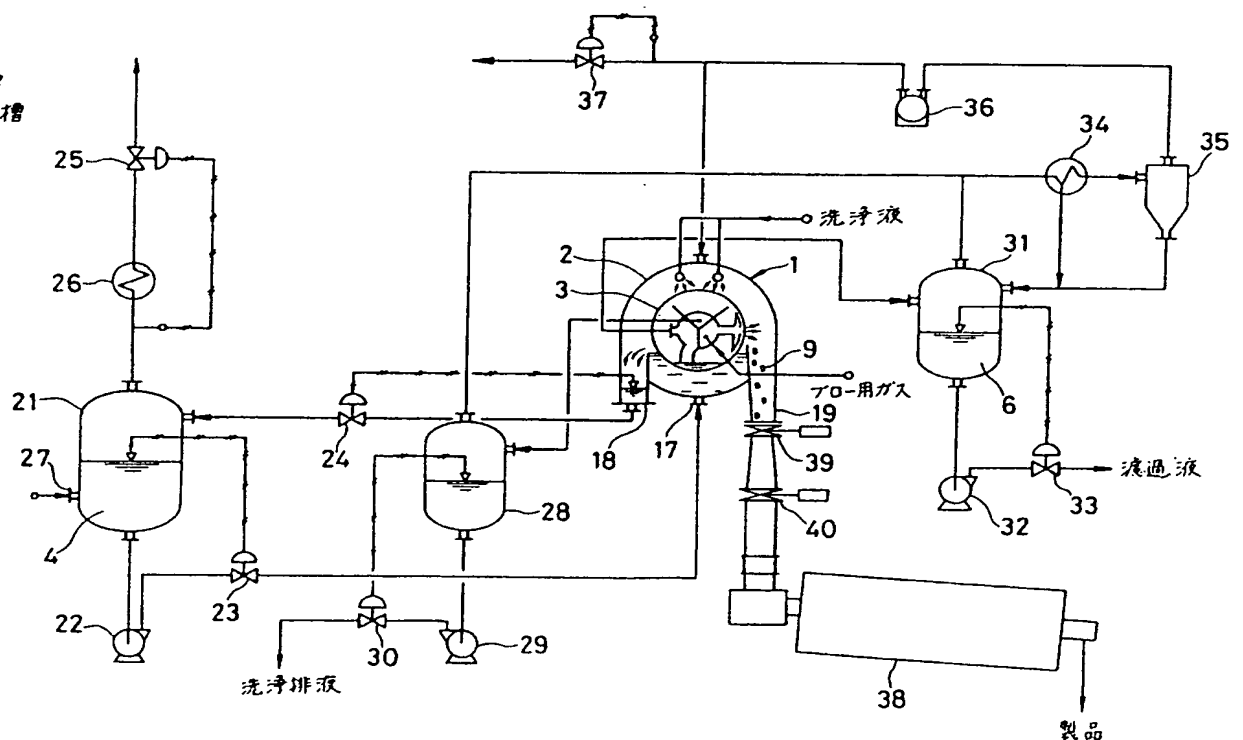
第1図は本発明の実施態様を示す系統図、第2図はロータリバキュームフィルタの断面図である。

各図中、同一符号は同一または相当部分を示し、1はロータリバキュームフィルタ、3は濾材、4はスラリー、6は濾過液、9はケーキ、21はスラリー貯槽、28は洗浄排液槽、31は濾過液槽、36は圧縮機、38は乾燥機である。

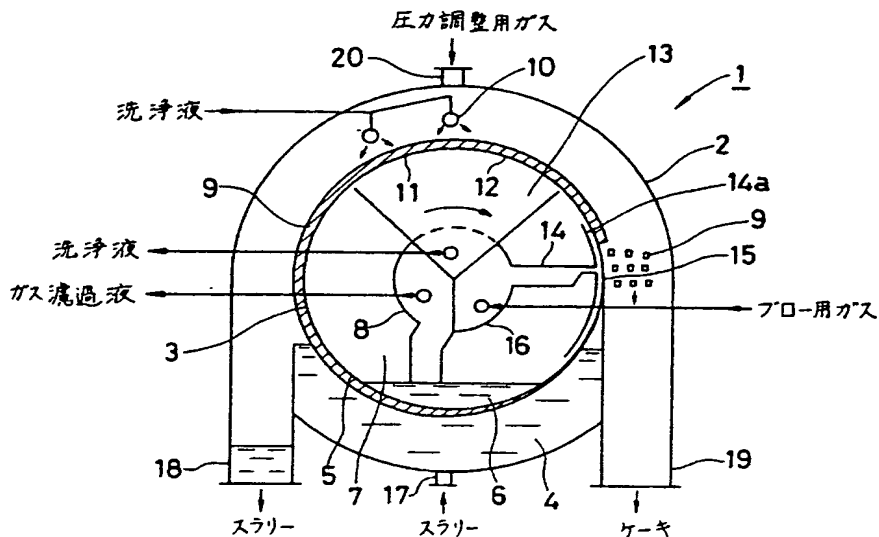
代理人 弁理士 柳 原 成

- 1: ロータリバキュームフィルタ
- 3: 濾材
- 4: スラリー
- 6: 濾過液
- 9: ケーキ
- 21: スラリー貯槽
- 28: 洗浄排液槽
- 31: 濾過液槽
- 36: 圧縮機
- 38: 乾燥機

第1図



## 第 2 図



### 手 続 補 正 書



平成 1 年 7 月 5 日

特許庁長官 吉 田 文 藏 殿

#### 1. 事件の表示

昭和 6 3 年 特許願 第 1 2 9 5 4 0 号

#### 2. 発明の名称

スラリーから結晶を回収する方法

#### 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都千代田区霞が関三丁目 2 番 5 号  
名 称 (588) 三井石油化学工業株式会社  
代表者 竹 林 省 吾

#### 4. 代 理 人

住 所 東京都港区西新橋 3 丁目 1 5 番 8 号  
西新橋中央ビル 503 号  
氏 名 (6783) 井 理 士 柳 原

#### 5. 補正命令の日付 自 発 補 正

#### 6. 補正の対象 明細書の発明の詳細な説明の欄

#### 7. 補正の内容

(1) 明細書第 1 頁第 20 行「テルフタル」を「テレフタル」に訂正する。

(2) 同第 9 頁第 17 行第 1 および第 2、第 10 頁第 9 行、第 10 行、第 11 頁第 1 行、第 2 行、「A」を「G(ゲージ圧)」に訂正する。

